

DERWENT-ACC-NO: 1993-253270

DERWENT-WEEK: 199821

COPYRIGHT 2004 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Mfg. tantalum metal thin film for IC devices and photoelectric conversion devices - by sputtering using niobium contg. tantalum as target

PATENT-ASSIGNEE: SHARP KK[SHAF]

PRIORITY-DATA: 1991JP-0345113 (December 26, 1991)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 05171417 A	July 9, 1993	N/A	011	C23C 014/14
JP 2741814 B2	April 22, 1998	N/A	012	C23C 014/14

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
JP 05171417A	N/A	1991JP-0345113	December 26, 1991
JP 2741814B2	N/A	1991JP-0345113	December 26, 1991
JP 2741814B2	Previous Publ.	JP 5171417	N/A

INT-CL (IPC): C23C014/14, C23C014/34

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 05171417A

BASIC-ABSTRACT:

Ta-thin film is mfd. by sputtering using Nb-contg. Ta, as a target, or Ta-, and Nb-target respectively, or vapour depositing Nb followed by depositing Ta, to preferentially form a body centred Ta-thin film.

USE/ADVANTAGE - Low electric resistance Ta-thin film is used for IC devices, optical IC devices, photoelectric conversion devices, and optical display circuit devices.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/17

TITLE-TERMS: MANUFACTURE TANTALUM METAL THIN FILM IC DEVICE PHOTOELECTRIC

CONVERT DEVICE SPUTTER NIOBIUM CONTAIN TANTALUM TARGET

DERWENT-CLASS: L03 M13

CPI-CODES: L04-C10; L04-E05; M13-F; M13-G02;

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1993-112907

(19)日本国特許庁(J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-171417

(43)公開日 平成5年(1993)7月9日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

C 2 3 C 14/14

14/34

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

7308-4K

8414-4K

審査請求 未請求 請求項の数2(全 11 頁)

(21)出願番号 特願平3-345113

(22)出願日 平成3年(1991)12月26日

(71)出願人 000005049

シャープ株式会社

大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号

(72)発明者 赤木 与志郎

大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号 シ

ャープ株式会社内

(72)発明者 岡本 康成

大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号 シ

ャープ株式会社内

(72)発明者 上西 繁

大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号 シ

ャープ株式会社内

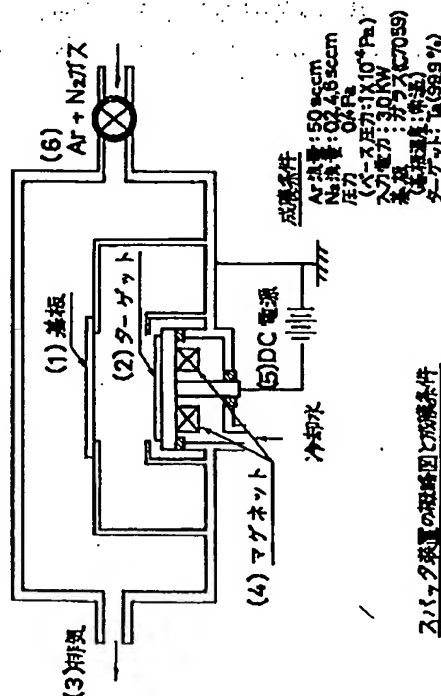
(74)代理人 弁理士 野河 信太郎

(54)【発明の名称】 タンタル金属薄膜の製造方法

(57)【要約】 (修正有)

【目的】微細な加工を伴う集積回路素子、光集積回路素子、光電変換回路素子、光学表示回路素子に使用される低抵抗タンタル金属薄膜製造方法を提供する。

【構成】タンタル金属の立方晶( $\alpha$ 相)を選択的に得るために、ニオブ金属を混入させたタンタル金属ターゲットを用いたり、タンタル金属とニオブ金属を各独立ターゲットとして用いたり、ニオブ金属蒸着膜上にタンタル金属を蒸着させることを特徴とするスパッタ法による薄膜製造方法で、さらに製造雰囲気として、微量の窒素ガスもしくは窒素系ガスを混入させた雰囲気中で実施する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】タンタル金属薄膜をスパッタ法により作製するに際し、

i) ニオブ金属を混入させたタンタル金属をターゲットとして同時に蒸着を行うか、

ii) タンタル金属とニオブ金属を別々のターゲットとして同時に蒸着を行うか、

予めニオブ金属の蒸着を行った後にタンタル金属の蒸着を行って、体心立方晶タンタル金属薄膜を優先的に形成することを特徴とするタンタル金属薄膜製造方法。

【請求項2】窒素ガスもしくは窒素系ガスを混入させた雰囲気中で実施する、請求項1項の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】この発明は低抵抗タンタル金属薄膜製造方法に関するものであり、特に微細な加工を伴う集積回路素子、光集積回路素子、光電変換回路素子、光学表示回路素子に関する。

## 【0002】

【従来の技術】タンタル金属は機械的強度に優れ、酸化膜である $Ta_2O_5$ が極めて少ない誘電ロス、比較的高い比誘電率を有することに加えて、優れた耐酸、耐アルカリ性を示すことから、各種プロセスに耐える薄膜配線材料として利用価値が高く、多用されてきた。

【0003】一方タンタルには結晶構造が2相あり、低い抵抗率( $13\mu\Omega\text{cm}$ )を示す立方晶構造( $\alpha$ 相)の他に、著しく高抵抗率( $\sim 200\mu\Omega\text{cm}$ )の正方晶構造( $\beta$ 相)が準安定にあることが知られている。この両相のうち、 $\beta$ 相は抵抗率が高温で温度変化が小さいため、精密抵抗器への応用があり、一方低抵抗の $\alpha$ 相は薄膜配線材料としての用途展開がなされてきた。

【0004】しかし、薄膜の状態では準安定な高抵抗 $\beta$ 相ができやすく、低抵抗 $\alpha$ 単一相製膜方法が種々提案されてきた。そのうちでも、窒素ガスを導入して真空中でスパッタ蒸着する方法は、比較的容易に $\beta$ 相を排除し、選択的に $\alpha$ 相を製膜しうするため、配線薄膜形成プロセスとしてよく用いられてきた。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかし、この窒素添加スパッタ法によってタンタル薄膜を製造すると、両相の出現率( $\alpha/\beta$ )が製膜条件、例えば窒素ガス分圧、同流量、スパッタ電力、基板温度、蒸着速度、製膜室形状などに大きく依存する。特に、両相の出現率( $\alpha/\beta$ )は窒素ガス分圧に依存し、タンタル薄膜は $10^{-6}\sim 10^{-5}\text{Torr}$ 以下の分圧領域では $\beta$ 相から $\alpha$ 、 $\beta$ 混相となり、 $10^{-5}\text{Torr}$ 付近で $\alpha$ 相が多くなる。更に分圧を $10^{-5}\text{Torr}$ より増加させると金属的な $\alpha$ 、 $\beta$ 相に加えて絶縁体の窒化物 $TaN_{0.1}$ 、 $TaN_{0.25}$ 、 $Ta_6N_{2.57}$ 、 $TaN_{0.5}$ 、 $TaN_{0.8}$ 、 $TaN$ 、 $Ta_3N_4$ などが出現し、抵抗値は再び増加する。

【0006】従って $\alpha$ 相を得るためには、窒素分圧が $10^{-5}\text{Torr}$ 付近になるよう窒素流量を制御する必要がある。しかし実際の生産では基板全般にわたって、この圧力を制御することは困難であり、とくに蒸着面積が大きくなれば非常に困難になってしまう。さらにこの方法ではタンタル金属薄膜中に絶縁体膜が混入、形成され、得られる $\alpha$ 相抵抗値は純粋タンタル金属の値( $13\mu\Omega\text{cm}$ )よりも3~4倍高くなることは避けられない。

【0007】これらに加えて、此の方法では膜中に窒素原子が多量存在するため、薄膜を構成するタンタル原子間隔が大きくなり、薄膜全体に歪みを生じることになる。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】この発明はタンタル金属の体心立方晶( $\alpha$ 相)を選択的に得るために、ニオブ金属を混入させたタンタル金属ターゲットを用いたり、タンタル金属とニオブ金属を各独立ターゲットとして用いたり、ニオブ金属蒸着膜上にタンタル金属を蒸着させることを特徴とするスパッタ法による薄膜製造方法に関する。さらに製造雰囲気として、微量の窒素ガスもしくは窒素系ガスを混入させた雰囲気中で実施する方法に関する。

【0009】本発明者たちの永年の研究結果、次のような驚くべき事実を発見した。即ち、タンタル金属 $\alpha$ 相である体心立方格子の成長は、面間エネルギーが小さい(110)、(111)などの高次ミラー面を介した異種原子間ヘテロエピタキシャル成長が支配し、 $\beta$ 相である正方晶の成長を抑制することが分かった。タンタル(Ta)と同じ体心立方結晶をもつ金属はRb、V、Nb、Cs、Ba等が挙げられる。

【0010】なかでも、ニオブ金属(Nb)は格子定数3.303Åの体心立方格子の結晶構造を有し、タンタル金属(Ta) $\alpha$ 相は格子定数3.3058Åの体心立方格子の結晶構造であり、極めて近い格子定数である。ヘテロエピタキシャル成長させる時のタンタルの異種原子として、同じような体心立方格子定数をもつニオブを適用することが、極めて有効であることが分かり、この発明に至ったのである。

【0011】ニオブ金属はタンタル金属 $\alpha$ 相形成の核としての働きをすれば良いのであり、量は少なくてもよい。実施例で詳細を論ずるが、混合金属ターゲットにおいても、各独立したターゲットにおいても、スパッタされた蒸着膜中のタンタル金属中のニオブ金属の組成比は0.1%から10%の間が良く、ニオブの予備蒸着厚さは5nmから100nmの間が良い。この3方法のうち、混合金属ターゲット方法が作製の平易さから推奨される。

【0012】ニオブ金属と窒素ガス併用系におけるニオブ金属の最小値は必ずしも明確ではないが、タンタル薄膜中での混入割合が0.1%でも十分であり、ニオブ蒸着膜厚さも10nm以下で十分効果を発揮する。添加す

る窒素ガス量の最小値は必ずしも明確ではないが、0.5 sccmも添加すれば十分な効果を発揮する。

【0013】添加されるガス成分としては純粋な窒素ガスのほかに窒素系ガスとして、 $\text{NH}_3$ 、 $\text{NH}_2$ 、 $-\text{NH}_2$ （ヒドラジン）などが挙げられる。この発明のスバクタ法によるタンタル薄膜は通常製造条件でよく、窒素ガス流量は4~6 sccm、アルゴンガス分圧は0.2~0.6 Pa、アルゴンガス流量は40~80 sccm、スバクタ電圧は-100~-3000 V、基板材料はガラス、シリコンウェハなど、基板温度は室温~250℃、蒸着速度は100~1000 Å、ベース真空度は $1 \times 10^{-4}$  Pa程度である。

【0014】陰極ターゲット形状も通常のものが採用でき、数cm~数10cmの円板もので、ターゲット金属純度は約99.9%のものが利用できる。

【0015】

【実施例】タンタルの異種原子として、ニオブを混入させる具体的な方法として次の4つの製造方法を提案し、詳細を論ずる。

I. 窒素ガスを使用しない方法。

1. ニオブ金属を混入させたタンタル金属ターゲットを用いる方法。

【0016】2. タンタル金属とニオブ金属を各独立ターゲットとして用いる方法。

3. ニオブ金属蒸着膜上にタンタル金属を蒸着させる方法。

II. 微量の窒素ガスを併用する方法。

4. タンタル金属中にニオブ金属の混入が微小である条件のとき、ニオブ量の不足を補充するため、微量の窒素ガスまたは窒素系ガスを混入する方法。

【0017】実施例1

ニオブ金属の混入量を変化させたタンタル金属ターゲットを使用して、薄膜の金属組成比変更した時の結果を図11に示す。製膜は図1に示すような装置を使用して実施した。図1において、1は基板、2はターゲット、3は排気口、4はマグネット、5はDC電源、6はアルゴン、窒素ガス導入口である。

【0018】製膜条件はアルゴン流量50 sccm、窒素流量0 sccm、圧力0.4 Pa、入力電力3.0 KW、基板はガラスである。図11において横軸にはタンタル金属とニオブ金属の薄膜組成比、縦軸には両相の出現率( $\alpha/\beta$ )をとりプロットした。図で明確なように、タンタル金属100%では両相の出現率( $\alpha/\beta$ )は非常に悪いが、1%を越えたとほば $\alpha$ 相のみになり安定してくる。ところが、0.1%では必ずしも安定とばかりはいえない。一方、図12において横軸にはタンタル金属とニオブ金属の薄膜組成比、縦軸にはタンタル膜の比抵抗をとりプロットした。図で明確なようにニオブ金属が10%を越えと、タンタル膜の比抵抗は急に悪化してくる。これらの結果から明らかなように、タンタル金

属中のニオブ金属の組成比は0.1%から10%、のぞましくは1%から10%の間が良好である。

【0019】実施例2

次に、タンタル金属とニオブ金属を各独立ターゲットとして用いて、薄膜の組成比を変更した。使用した装置は図1に示したものとほぼ同様のものであるが、ターゲットを2種もち、タンタル金属およびニオブ金属用とした。ターゲットへの入力電圧力を変更し、薄膜の金属組成を変化させ、ターゲットに混合金属を用いた前記結果と同様、薄膜組成と両相の出現率( $\alpha/\beta$ )、タンタル膜の比抵抗の関係を求めた。同様に、図13において横軸にはタンタル金属とニオブ金属の薄膜組成比、縦軸には両相の出現率( $\alpha/\beta$ )をとりプロットした。さらに、図14においては横軸にタンタル金属とニオブ金属の薄膜組成比、縦軸にはタンタル膜の比抵抗をとりプロットした。

【0020】図13で明確なように、タンタル金属100%では両相の出現率( $\alpha/\beta$ )は非常に悪いが、1%を越えたとほば $\alpha$ 相のみになり安定してくる。ところが、1%より低い0.1%では必ずしも安定とばかりはいえない。一方、図14で明確なようにニオブ金属が10%を越えと、タンタル膜の比抵抗は急に悪化してくる。これらの結果から明らかなように、タンタル金属中のニオブ金属の組成比は0.1%から10%、のぞましくは1%から10%の間が良いのは前記結果と同様である。

【0021】この結果より分かることは、窒素無添加法によるスバクタリング蒸着薄膜製造方法においては、タンタル金属 $\alpha$ 相生成は蒸着膜組成に依存し、製造方法に大きく左右されないということである。また、合金ターゲットを用いた場合に見られる選択スバクタも大きな問題とはならない。

【0022】本実施例では独立ターゲットの入力電力を変化させて金属組成を制御したが、この他にターゲット面積を変化させたり、ターゲット配置を変化させる方法などがあげられる。

【0023】実施例3

次いで、ニオブをあらかじめ蒸着させた基板上にタンタルを蒸着させた結果を開示する。図1の製造装置において、基板1のガラス上に予めニオブを5 nmから100 nmまで蒸着させておき、その上にタンタルを前記条件で蒸着させ両相の出現率( $\alpha/\beta$ )、タンタル膜の比抵抗を測定した。

【0024】図15はニオブの予備蒸着厚さと両相の出現率( $\alpha/\beta$ )、図16はタンタル膜の比抵抗の関数である。図15で明確なように、ニオブ蒸着のないタンタル金属100%では両相の出現率( $\alpha/\beta$ )は非常に悪いが、10 nmを越えたとほば $\alpha$ 相のみになり安定してくる。ところが、5 nmでは必ずしも安定とばかりはいえない。これらの結果から明らかなように、ニオブの予備蒸着厚さは5 nmから100 nmの間が良好である。こ

ここで、上限は素子もしくはプロセス条件によって決定される値である。

【0025】この発明は本質的に、タンタルの異種原子としてニオブを混入させ、タンタル金属 $\alpha$ 相である体心立方格子を成長させる方法であり、添加窒素量は零か微量である。即ち、従来の窒素の分圧制御による方法ではないので、膜中に多量の窒素が残存したり、窒素による膜の歪み、反りが発生することはない。図8に本発明および従来の窒素ガス添加法で製膜したタンタルの $\alpha$ -Ta(110)格子定数を掲げた。図中、横軸は窒素流量であり、窒素流量0の値 $\alpha$ -Ta(110)=約3.32Å(●印)が本発明になるものである。従来法では窒素流量が2~4sccmの範囲では $\alpha$ 、 $\beta$ 両相が混在し、そのうち $\alpha$ 相の値を選択的にプロットした。全相が $\alpha$ 相となるのは窒素流量が6sccmであり、この時 $\alpha$ -Ta(110)=約3.37Åである。明らかに、窒素が面間隔を増加させており、本発明のタンタル膜の値はバルク金属の値(3.306Å)に近く、優秀なことが分かる。

【0026】図9に本発明および従来の窒素ガス添加法で製膜したタンタルの比抵抗を掲げた。図中、横軸は窒素流量であり、窒素流量0の値が本発明のタンタルの比抵抗(●印)約40 $\mu\Omega\text{cm}$ である。従来の窒素の分圧制御による方法では $\beta$ 相の混在や窒化物によって比抵抗の増大が見られる。本発明による方法は、タンタルの異種原子としてニオブを混入させてはいるものの、体心立方晶のニオブの比抵抗率(14.2 $\mu\Omega\text{cm}$ )とタンタルのものと(13 $\mu\Omega\text{cm}$ )きわめて近く、従来法のような窒化絶縁物による高抵抗化現象は発生しない。

#### 【0027】実施例4

実施例4ではタンタル金属とニオブ金属混合ターゲットを使用した例を開示する。タンタル金属薄膜製造する条件は、前述の図1で示した装置および作製条件に類似する方法で実施した。

【0028】即ち、製膜条件はアルゴン流量50sccm、窒素流量0sccm、圧力0.4Pa、入力電力3.0KW、基板はガラスで、ニオブ金属の含有割合は約1%である。この条件にて作製した薄膜のX線回折分析結果、図2に示すように立方晶構造の $\alpha$ -Ta(110)、Bragg角(2 $\theta$ )=約33.2°のX線回折強度のみが観測され、 $\beta$ -Ta(200) Bragg角(2 $\theta$ )=約37.8°は観測されなかった。更に、比抵抗率も20~60 $\mu\Omega\text{cm}$ の低い値を示し、 $\alpha$ 相構造をサポートしている。

#### 【0029】比較例1

図10には比較例として、ニオブ金属混合しないタンタル金属ターゲットを使い、他の条件は同じとした時のX線回折結果を示した。明らかに $\alpha$ -Ta(110)の他に $\beta$ -Ta(200)が支配的に現れている。 $\alpha$ 単一相を得る方法として、タンタルの異種原子としてニオブを

混入させる方法が極めて有効であることが分かった。

#### 【0030】実施例5

実施例5ではタンタル金属と少量のニオブ金属混合ターゲットを使用し、さらに少量の窒素ガスを添加した例を開示する。タンタル金属薄膜製造する条件は、前述の図1で示した装置および作製条件に類似する方法で実施した。

【0031】即ち、製膜条件はアルゴン流量50sccm、窒素流量0.2~1sccm、圧力0.4Pa、入力電力3.0KW、基板はガラスで、ニオブ金属の含有割合は約0.1%である。この条件にて作製した薄膜のX線回折分析結果、図3に示すように立方晶構造の $\alpha$ -Ta(110)、Bragg角(2 $\theta$ )=約33.2°のX線回折強度のみが観測され、 $\beta$ -Ta(200) Bragg角(2 $\theta$ )=約37.8°は観測されなかった。更に、比抵抗率も40~60 $\mu\Omega\text{cm}$ の低い値を示し、 $\alpha$ 相構造をサポートしている。

【0032】さらに、金属薄膜中の窒素量を分析した結果0.1~1atomic%となり、従来法による $\alpha$ 相作製時の1/10~1/2の値であった。

#### 【0033】比較例2

図17には比較例として、ニオブ金属混合しないタンタル金属ターゲットを使い、他の条件は同じとした時のX線回折結果を示した。明らかに $\alpha$ -Ta(110)の他に $\beta$ -Ta(200)が混在している。 $\alpha$ 単一相を得る方法として、タンタルの異種原子としてニオブを混入させる方法が極めて有効であることが分かった。

#### 【0034】実施例6

実施例6ではタンタル金属とニオブ金属の各独立ターゲットを使用した例を開示する。タンタル金属薄膜製造する条件は、前述の図1で示した装置および作製条件に類似する方法で実施した。前述の実施例4、5と異なるのはターゲットを2か所設置し、各タンタル金属用及びニオブ金属用とした。

【0035】即ち、製膜条件はアルゴン流量50sccm、窒素流量0sccm、圧力0.4Pa、タンタル金属ターゲット用入力電力3KW、ニオブ金属ターゲット用入力電力約2KW、基板はガラスである。ターゲット金属組成は各99.9%のものを適用した。この条件にて作製した薄膜のX線回折分析結果、図4に示すように立方晶構造の $\alpha$ -Ta(110)、Bragg角(2 $\theta$ )=約33.2°のX線回折強度のみが観測され、 $\beta$ -Ta(200) Bragg角(2 $\theta$ )=約37.8°は観測されなかった。更に、比抵抗率も20~60 $\mu\Omega\text{cm}$ の低い値を示し、 $\alpha$ 相構造をサポートしている。

【0036】この時、タンタル金属へのニオブ金属の混入割合は約5%であった。同様に比較例として、タンタル金属ターゲットのみを使い、他の条件は同じとした時のX線回折結果を測定したところ、 $\alpha$ -Ta(110)の他に $\beta$ -Ta(200)が支配的に現れた。 $\alpha$ 単一相

を得る方法として、タンタルの異種原子としてニオブを混入させる方法が極めて有効であることが分かった。

#### 【0037】実施例7

実施例7ではタンタル金属とニオブ金属の各独立ターゲットを使用し、さらに微量の窒素ガスを添加した例を開示する。タンタル金属薄膜製造する条件は、前述の図1で示した装置および作製条件に類似する方法で実施した。前述の実施例6と異なるのは微量の窒素ガスを添加したことである。

【0038】即ち、製膜条件はアルゴン流量50 sccm、窒素流量0.2~1 sccm、圧力0.4 Pa、タンタル金属ターゲット用入力電力3 KW、ニオブ金属ターゲット用入力電力約2 KW、基板はガラスである。ターゲット金属組成は各99.9%のものを適用した。この条件にて作製した薄膜のX線回折分析結果、図5に示すように立方晶構造の $\alpha$ -Ta(110)、Bragg角( $2\theta$ )=約33.2°のX線回折強度のみが観測され、 $\beta$ -Ta(200) Bragg角( $2\theta$ )=約37.8°は観測されなかった。更に、比抵抗率も40~60  $\mu\Omega\text{cm}$ の低い値を示し、 $\alpha$ 相構造をサポートしている。

【0039】この時、タンタル金属へのニオブ金属の混入割合は約2%であり、さらに金属薄膜中の窒素量を分析した結果0.1~1 atomic%となり、従来法による $\alpha$ 相作製時の1/10~1/2の値であった。比較例として、タンタル金属ターゲットのみを使い、他の条件は同じとした時のX線回折を測定したところ、 $\alpha$ -Ta(110)の他に $\beta$ -Ta(200)の混在が観測された。 $\alpha$ 単一相を得る方法として、タンタルの異種原子としてニオブを混入させる方法が極めて有効であることが分

#### 【0040】実施例8

実施例8ではニオブ金属を予め蒸着した基板上にタンタル金属をエビタキシャル蒸着する例を開示する。タンタル金属薄膜製造する条件は、前述の図1で示した装置および作製条件に類似する方法で実施した。

【0041】即ち、製膜条件はアルゴン流量50 sccm、窒素流量0 sccm、圧力0.4 Pa、入力電力3.0 KW、基板はガラスで、予めその上にニオブ金属を約5~100 nm蒸着させた。この条件にて作製した薄膜のX線回折分析結果、図6に示すように立方晶構造の $\alpha$ -Ta(110)、Bragg角( $2\theta$ )=約33.2°のX線回折強度のみが観測され、 $\beta$ -Ta(200) Bragg角( $2\theta$ )=約37.8°は観測されなかった。更に、比抵抗率も20~60  $\mu\Omega\text{cm}$ の低い値を示し、 $\alpha$ 相構造をサポートしている。

【0042】同様に比較例として、タンタル金属ターゲットのみを使い、他の条件は同じとした時のX線回折結果を測定したところ、 $\alpha$ -Ta(110)の他に $\beta$ -Ta(200)が支配的に現れた。 $\alpha$ 単一相を得る方法と

して、タンタルの異種原子としてニオブを混入させる方法が極めて有効であることが分かった。

#### 【0043】実施例9

実施例9ではニオブ金属を予め蒸着した基板上に、微量の窒素ガスが混入された雰囲気中でタンタル金属をエビタキシャル蒸着する例を開示する。タンタル金属薄膜製造する条件は、前述の図1で示した装置および作製条件に類似する方法で実施した。実施例8と異なるのは微量の窒素ガスが混入されている点である。

【0044】即ち、製膜条件はアルゴン流量50 sccm、窒素流量0.2~1 sccm、圧力0.4 Pa、入力電力3.0 KW、基板はガラスで、予めその上にニオブ金属を約5~100 nm蒸着させた。この条件にて作製した薄膜のX線回折分析結果、図7に示すように立方晶構造の $\alpha$ -Ta(110)、Bragg角( $2\theta$ )=約33.2°のX線回折強度のみが観測され、 $\beta$ -Ta(200) Bragg角( $2\theta$ )=約37.8°は観測されなかった。更に、比抵抗率も40~60  $\mu\Omega\text{cm}$ の低い値を示し、 $\alpha$ 相構造をサポートしている。

【0045】比較例として、タンタル金属ターゲットのみを使い、他の条件は同じとした時のX線回折を測定したところ、 $\alpha$ -Ta(110)の他に $\beta$ -Ta(200)の混在が観測された。 $\alpha$ 単一相を得る方法として、タンタルの異種原子としてニオブを混入させる方法が極めて有効であることが分かった。

#### 【0046】

【発明の効果】この発明は本質的に、タンタルの異種原子としてニオブを混入させ、タンタル金属 $\alpha$ 相である体心立方格子を成長させる方法であり、添加窒素量は微量である。即ち、従来の窒素の分圧制御による方法ではないので、膜中に多量の窒素が残存したり、窒素による膜の歪み、反りが発生することはない。

【0047】即ち、絶縁体であるTa<sub>0.1</sub>N<sub>0.25</sub>、Ta<sub>0.5</sub>N<sub>2.57</sub>、Ta<sub>0.5</sub>N<sub>0.5</sub>、Ta<sub>0.8</sub>N<sub>0.8</sub>、Ta<sub>1.0</sub>N<sub>1.0</sub>などの金属窒化物を排除することにより、抵抗の低い $\alpha$ 相タンタル薄膜を形成する方法である。さらに薄膜歪みの主たる原因となる膜中窒素を極力低減しうる点に特徴を有するスパッタ蒸着法である。

【0048】さらに、本発明による方法は、タンタルの異種原子としてニオブを混入させてはいるものの、体心立方晶のニオブの比抵抗率(14.2  $\mu\Omega\text{cm}$ )とタンタルのもの(13  $\mu\Omega\text{cm}$ )きわめて近く、従来法のような窒化絶縁物による高抵抗化現象は発生しない。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】スパッタ装置の概略図である。

【図2】実施例4のX線回折図である。

【図3】実施例5のX線回折図である。

【図4】実施例6のX線回折図である。

【図5】実施例7のX線回折図である。

【図6】実施例8のX線回折図である。

【図7】実施例9のX線回折図である。

【図8】タンタル薄膜製造における窒素流量と格子定数の関係である。

【図9】タンタル薄膜製造における窒素流量と比抵抗の関係である。

【図10】ニオブ金属混入しない時のX線回折図である。

【図11】タンタル/ニオブ組成比と両相の出現率( $\alpha/\beta$ )の関係図である。

【図12】タンタル/ニオブ組成比とタンタル膜の比抵抗の関係図である。

【図13】独立ターゲットを使用したときのタンタル/ニオブ組成比と両相の出現率( $\alpha/\beta$ )の関係である。

【図14】独立ターゲットを使用したときのタンタル/

ニオブ組成比とタンタル膜の比抵抗の関係である。

【図15】ニオブを予備蒸着したときのタンタル/ニオブ組成比と両相の出現率( $\alpha/\beta$ )の関係である。

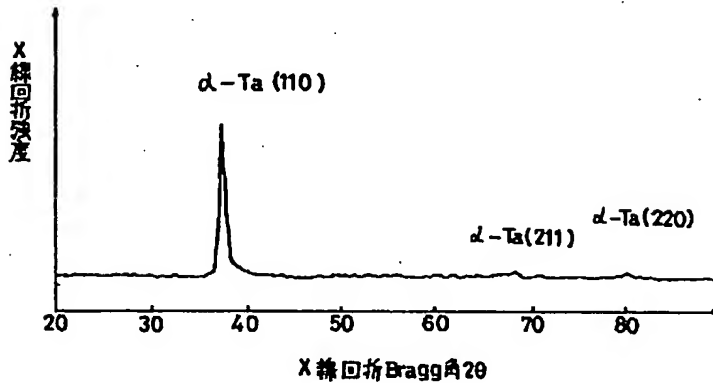
【図16】ニオブを予備蒸着したときのタンタル/ニオブ組成比とタンタル膜の比抵抗の関係である。

【図17】ニオブ金属を混入せず、微量の窒素ガスを混入した時のX線回折図である。

【符号の説明】

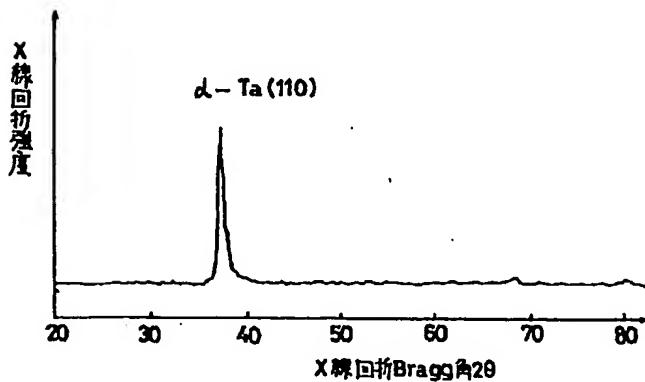
- 1 タンタル金属薄膜を蒸着する基板
- 2 スパッタ用ゲート
- 3 真空排気口
- 4 マグネット
- 5 直流電源
- 6 スパッタ用ガス導入口

【図2】



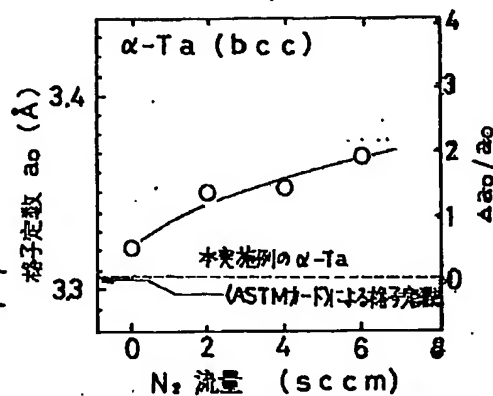
X線回折結果

【図3】



X線回折結果

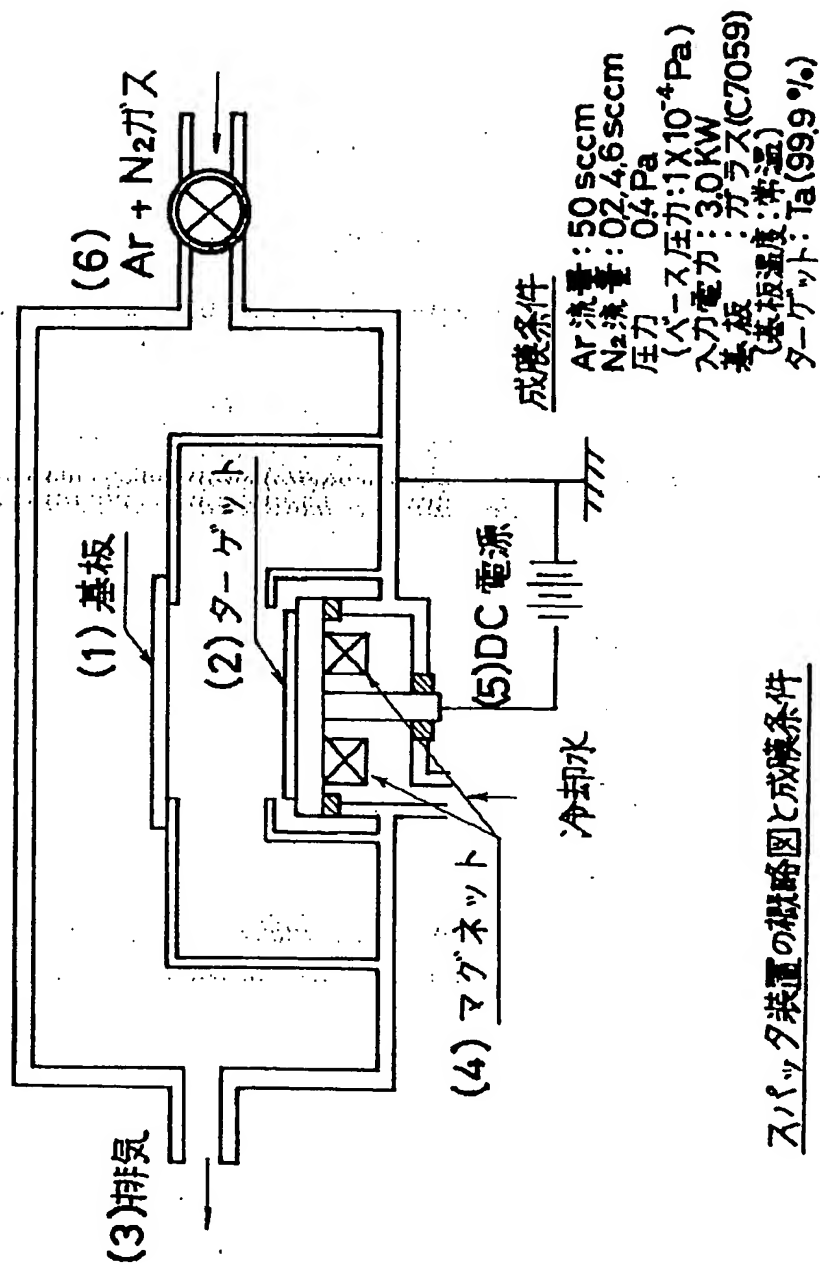
【図8】



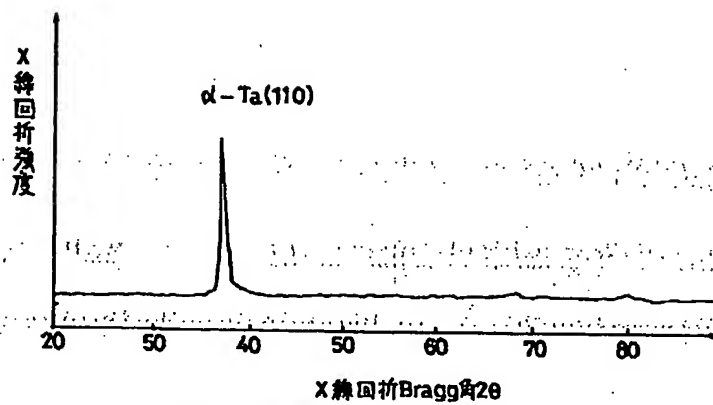
$\text{N}_2$  添加(従来法)及び本実施例により成膜したTa薄膜の格子間隔



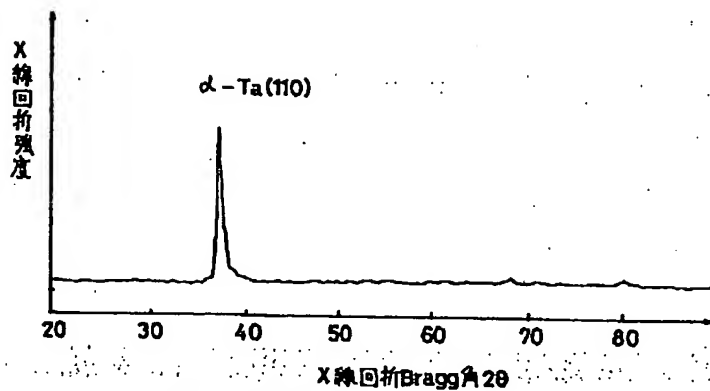
【図1】



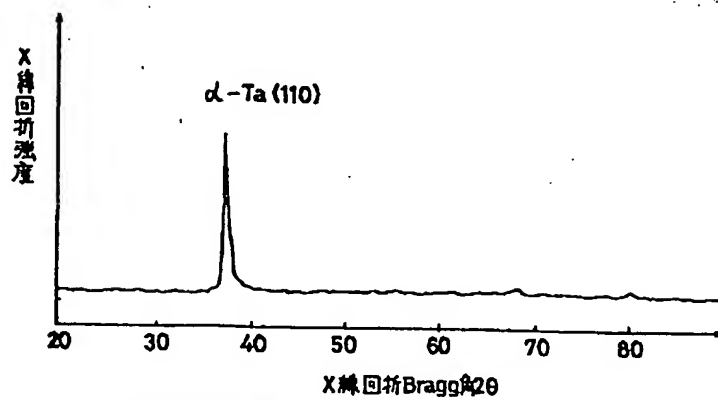
【図4】

X線回折結果

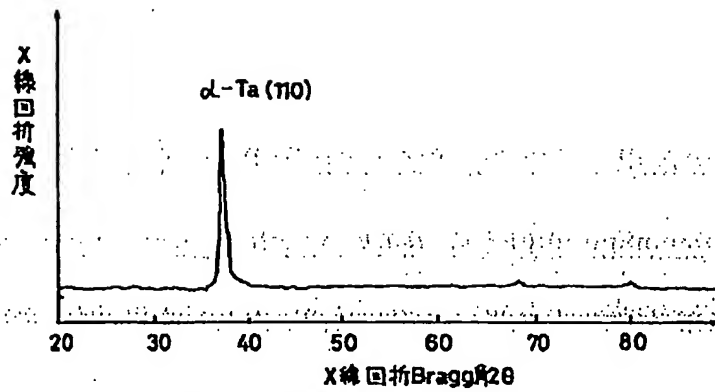
【図5】

X線回折結果

【図6】

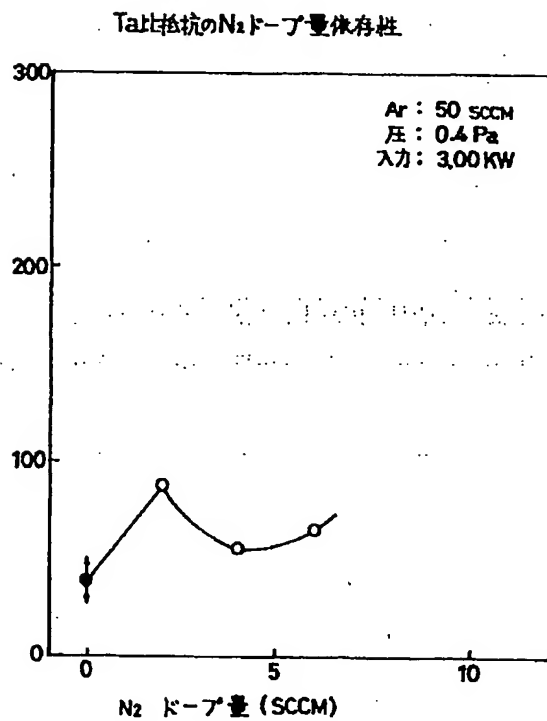
X線回折結果

【図7】

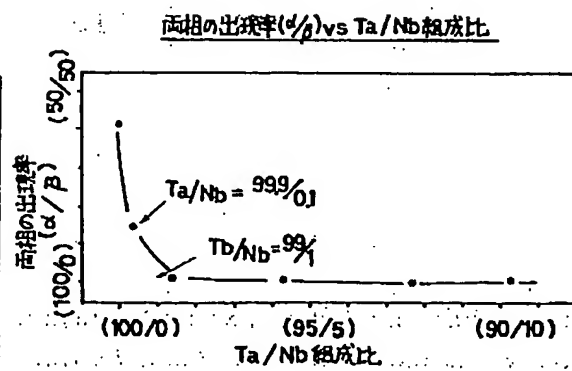


X線回折結果

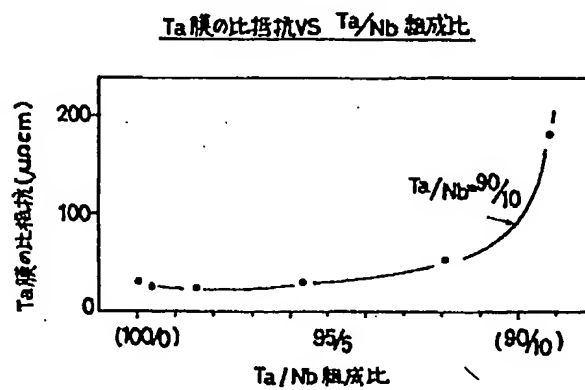
【図9】



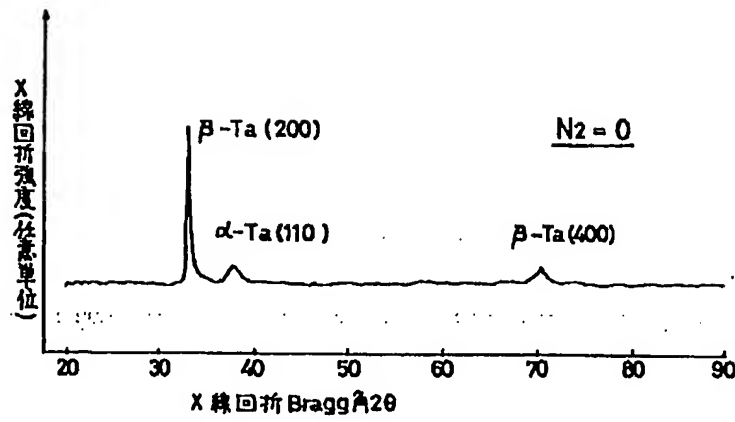
【図11】



【図12】

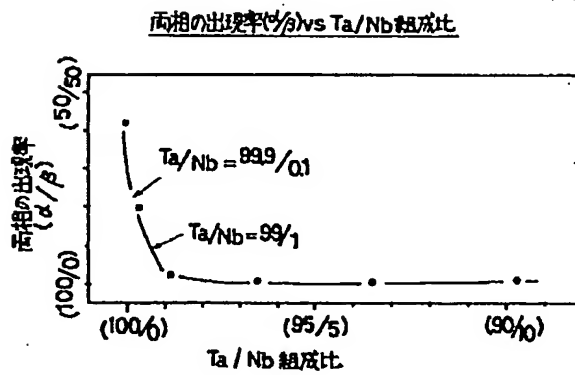


【図10】

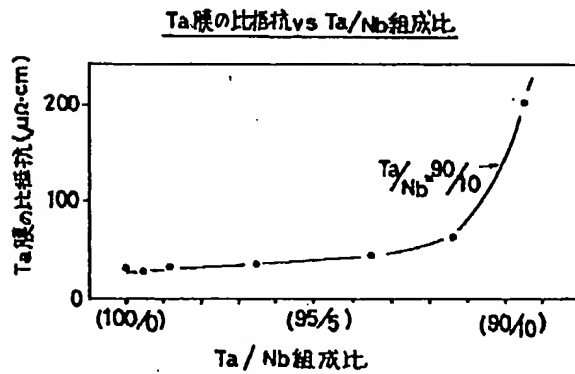


X線回折結果

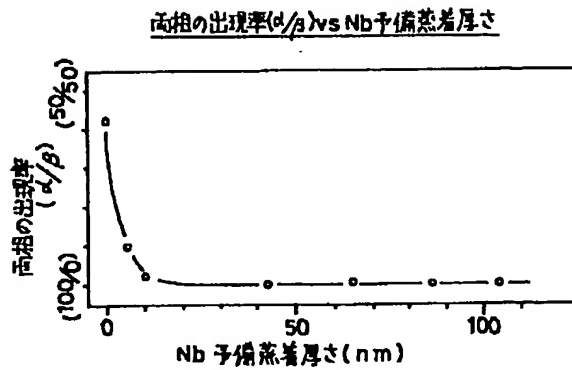
【図13】



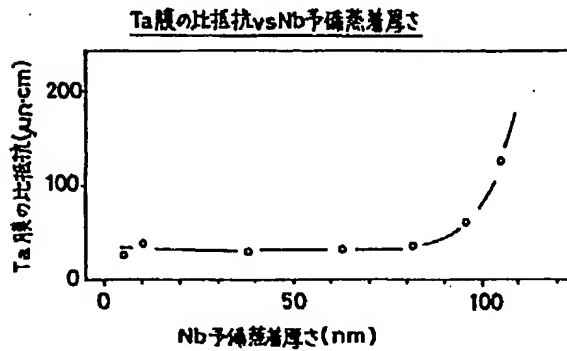
【図14】



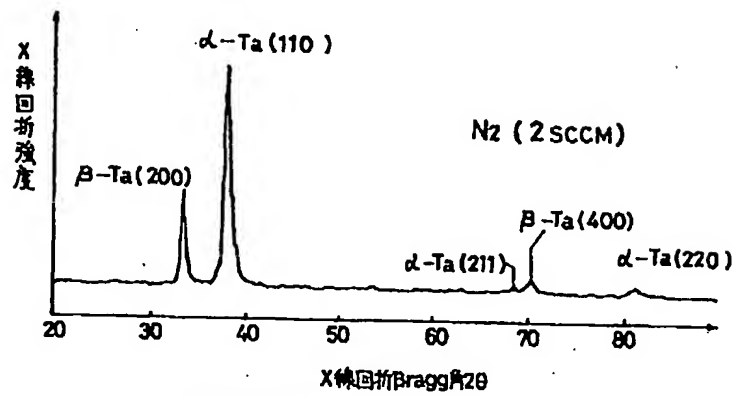
【図15】



【図16】



【図17】



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**